#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 61035802 A

(43) Date of publication of application: 20.02.86

(51) Int. CI

B01D 11/02 C07B 63/00 C11B 1/10

(21) Application number: 59156978

(22) Date of filing: 27.07.84

(71) Applicant:

DAICEL CHEM IND LTD

(72) Inventor:

SHIMA KOJI

NIWA HIROTOSHI

## (54) EXTRACTION OF ORGANIC SUBSTANCE

(57) Abstract:

PURPOSE: To enhance the economical efficiency of a process for extracting an org. substance from a solid by a solvent held under a super-critical state, by performing extraction while varying the pressure of super-critical gas.

CONSTITUTION: In extracting an org. substance from a solid by using super-critical gas as a solvent, the

super-critical gas in fine pores in renewed by the super- critical gas outside the solid by varying the pressure in an extraction tank to enhance an extraction speed. A pressure varying width is 5W60kg/cm². As a result, the time before the completion of extraction becomes short and the amount of the super-critical gas required in extraction is reduced and the economical efficiency of the process is improved.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

### 9日本图特許庁(JP)

⑩特許出願公開

# ⑫公開特許公報(A)

昭61-35802

@Int\_Cl.4

識別記号

广内整理番号

母公開 昭和61年(1986)2月20日

B 01 D 11/02 C 07 B 63/00 C 11 B 1/10

A-2126-4D 7188-4H

7188-4H 7055-4H

H 審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

有機物の抽出方法

②特 順 昭59-156978

**20出 顧昭59(1984)7月27日** 

砂発明者 島

幸 治

姫路市余部区上余部500

⑫発 明 者 円 羽 弘 飯 ⑪出 顋 人 ダイセル化学工業株式

姫路市網干区田井269-14

界市鉄砲町1番地

会社

明細響

1. 発明の名称

有機物の抽出方法

2 特許請求の範囲

超職界状態の溶媒によって、固体から有機物を抽出する方法において、超臨界状態の溶媒の圧力を変動させることを特徴とする有機物の抽出方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、固体物質より有機物を抽出する
方法に関し、更に詳しくは超臨界がに比がいると、で使用される一般の液体溶剤に比例に対象をあった。
なないに、治度を液体より約100倍の拡散に
たいまった質を利用して抽出操作を行なうことに関するものである。

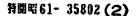
(従来の技術)

食品工業において、天然物から抽腸や番料

を得る方法で、一般に使用されている嵌化水 例対は65~98での機能調整有するヘキサンーヘアタン混合溶解が、最近の石 素系の液体溶剤を使用する方法が軽液的でな 油糖で配価格を示すようになり、入野球腫のみならず、関化水素を液体 くなりつつある。また、健康に対する意識が 密剤 高まり、例えば、食用油に微量混入する溶剤 量は、食品管理法に3ppm以下であると規 定されているが、それ以下においても最近、

社会問題になりつつある。

できる。



行なわれているのは、 超臨界皮酸ガスによるコーヒーの説カフェインやホップの抽出がある。

#### ( 発明が解決しようとする問題点 )

超臨界ガスを利用して固体、特に多孔質物質から目的とする有機物を抽出する操作方法は、一般に、固体を抽出槽に回分的に充填し、

一定温度、一定圧力の超臨界ガスを抽出槽に 導き、固体と接触させ抽出を行なう。超臨界 一ガスで抽出された目的物は既知の様々な方法 で分離が行なわれる。

抽出槽に導く超臨界ガス量はプロセスの経 済性に大きな影響を与えるのででより少ない 超臨界ガス量で抽出を終了させるために、超 臨界ガスの抽出槽での葡萄時間を長くし、抽 出槽から出てくる超臨界ガス中の目的成分表 度を高くさせる方法があるが、抽出操作を終 了させるのに要する時間が長くなりプロセス の経済性がなくなる。逆に、抽出に要する時 間を短かくするためには、単位時間当たりに 使用する超臨界ガス量を多くする必要があり、 そうすると超解界ガス中の目的成分濃度が低 くなり同様に経済性がなくなる。このように プロセスの経済性は抽出に要する超臨界ガス 量だけではなく、抽出時間にも大きく影響さ れる。したがって、経済性を裏めるには、同 ーの抽出時間内で、いかに少ない超監界ガス

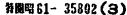
量で抽出機作を終了させることが必要である。

#### ( 問題点を解決するための手段 )

本発明者は、装置の設備費を含めたプロセスの経済性を高める超臨界ガスによる抽出方法を鋭意検討した結果、超臨界ガスの圧力を変動させながら抽出することで解決出来ることを見い出し本発明を完成した。

即ち、本発明は超臨界状態の溶媒によって 固体から有機物を抽出する方法において、超 臨界の溶媒の圧力を変動させることを特徴と する有機物の抽出方法である。

これは、粉体から目的物の抽出が進むにつれて細孔内に超臨界ガスが入り込み、その内部から抽出してくるためと考えられる。一般に利用される方法に、粉体を流動させ粉体表面の超臨界ガスを更新させることで抽出速度を高める方法があるが、これは抽出開始初期



には有効であるが、それ以降は上述したように細孔を介しての抽出になるため、そのような操作では抽出速度高めることは不可能である。

超職界ガスによる活性炭やシリカケルなるで 要 が 要 な 再 要 まする ために、 吸 着 している 不 要 成 有 複 物 を 除 去 し た り 、 或 い は 吸 着 し た り 、 或 い は 吸 着 し た り な が 間 個 に 、 独 出 速 度 が 次 第 に 低 下 し て く る ことが 間 題に なっている。

さのような問題は、固体から超臨界が30を 群蛛として、有機物を施出する全での場合に 生じてくる。この問題を解決するためには 発明の様に抽出槽の圧力を変動させることに より粗孔内の超離界が2を固体外部の超離出 ガスと更新させ抽出速度を高めることが ポスと更新させる圧力の幅は、5~60~2に り、好ましくは10~50~2である。これ以 上の変動幅では装置の耐圧が高くなり経済的 に不利である変動の展期は連続的に変化させ、 ても新統的に変化させても良い。

#### (発明の効果)

ある一定の圧力で抽出する場合と、その圧力とれより5~60~低い圧力との間沿りががたりががたりががないに対対が変勢させなが、投的に変勢させたが使いたがなる。したがかって、で変勢させた方が出いが行うないが、対して変する超いなくなる。少なくの経済性が大きくる等される。

また、ある一定の圧力で抽出する場合と、その圧力とそれより5~60な低い圧力間で、周期的或いは新枝的に変動させる場合で必要エネルギーを比較すると、共に最高圧力は同一であるが、平均的圧力を考えると、圧力を変動させる場合の方が低くなるため、気体致いは液体を超臨界ガス状態にするのに要する

エネルギーは少なくて済み、更にプロセスの 経済性が改善される。

しかし、操作圧力を周期的、或いは断機的に変動させる場合、抽出後、超臨界ガスの圧力を低下させて分離操作を行なうためのバルブの操作は、バルブの開閉を交互に行なうだけで、圧力の変動を生じさせることが可能である。また、圧縮ガスを断続的にバルブより放出することで、折出してきた固形物を分離槽まで強制的に移

動させることができ、このことにより、バル プや配管などが閉塞することを完全に防ぐこ とができるなど操作性が大幅に改善される。

以下の実施例及び比較例を挙げて説明する。

#### 実施例及び比較例

(実施例)

タンパク質865盆最多、脂肪酸135度量多の組成を有する顕粒。259を抽出情に充填し、超臨界炭酸ガスを149/minで連続的に抽出槽上部に導き、抽出槽下的は水水でで圧力を大気圧まで落した。抽出時の圧力を観々変えた場合について、抽出時間と類粒の含有する不要な脂肪酸量を適定した。尚、抽出槽の温度は全て35℃で行

比較例 1 抽出圧力 1 0 0 % 一定で抽出した。 比較例 2 抽出圧力 1 2 0 % 一定で抽出した。 実施例 1 抽出圧力 1 0 0 ~ 1 2 0 % で 1 サイクル 4 分間で周期的に変動させ



ながら抽出した。

実施例2 抽出圧力100~150%で1サ

イクル 8 分間で周期的に変動させ

ながら無出した。

	顆粒中の脂肪酸量(重量光)	
	抽出時間20分	抽出時間80分
比較例1	4. 8	L 4
比較例2	4.4	1. 1
実施例1	3. 9	10
実施例 2	_	Q 6